

УДК 621.762.2

Н. А. Свидуневич, доктор технических наук, профессор (БГТУ);**Г. П. Окатова**, кандидат технических наук, старший научный сотрудник (БГТУ);**В. С. Урбанович**, кандидат технических наук (НПЦ НАН Беларуси по материаловедению);**П. В. Рудак**, кандидат технических наук, доцент (БГТУ);**Ю. А. Товстыко**, магистрант (БГТУ)**ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ
КОМПОЗИТА НА ОСНОВЕ НАНОУГЛЕРОДА,
ПОЛУЧЕННОГО ПРИ ТЕРМОБАРИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ**

Из порошков углеродных материалов и карбонильного железа в соотношении С-90 мас. % методом высокотемпературной интенсивной пластической деформации изготовлены композиционные материалы, изучено структурное состояние полученных материалов различными методами исследований.

Of powders carbon and carbonyl iron materials in the ratio C-90 weights of % a method of high-temperature intensive plastic deformation are made by composite materials. The structural conditions of the materials were studied with different research methods.

Введение. Ранее нами было показано, что в условиях высоких давлений – 4–5 ГПа и температур – 950–1200°C образование сверхтвердой алмазоподобной углеродной фазы серого цвета в Fe–C нанокompозите происходит не только из фуллеренов, но и других, более дешевых нанодисперсных углеродных материалов – фуллеренсодержащей сажи, многостенных нанотрубок, фуллереновой черни [1]. В основе идеи о возможности замены фуллеренов на другие наноуглеродные материалы явилось предположение о ведущем влиянии на образование «сверхупругих и твердых углеродных частиц» дисперсности исходного углеродного наноматериала.

Основная часть. В результате проведения комплекса работ в условиях высоких давлений (4 ГПа) и температур (1200–1500°C) получены опытные образцы композитов из шихты состава 90% С + 10% Fe. В качестве исходных компонентов использовали экстрагированную нанодисперсную фуллереновую сажу и порошок карбонильного железа с размером частиц 5–100 мкм.

Использованная нами экстрагированная фуллереновая сажка не содержит фуллеренов (по данным фазового анализа ~1,5% C₆₀ и ~1,3% C₇₀), т. е. это наноуглерод после практически исчерпывающей экстракции фуллеренов из продукта электродугового испарения графита.

Полученные образцы нанокompозитов исследовались методами световой и электронной микроскопии, рентгеновской дифракции, микрорентгеноспектрального анализа и измерения микротвердости.

В результате исследования микроструктуры установлено, что образцы, спеченные на основе экстрагированной фуллереновой сажи (90 мас. % C_{эфс} + 10 мас. % Fe) представляют собой сплошную особотвердую углеродную серую фазу, содержащую ряд ее модификаций различных от-

тенков (рис. 1). Образцы композита С–Fe не имеют зеренной структуры – ни до, ни после травления она не выявлена, что характерно для аморфного состояния. Полученный высокотвердый углеродный нанокompозит является суперлегким – его удельный вес находится в пределах 2,14÷2,18 г/см³.

При исследовании в сканирующем электронном микроскопе полученного нанокompозита установлен ряд характерных и неожиданных структурных особенностей и отличительных свойств серой фазы.

Поверхность супертвердых частиц, названная «рельефом “зигзаг”», «крапчатая», «зигзаг, крапчатая» оказалась составленной из сросшихся в разной степени «шаровидных» частиц разной морфологии и размеров (рис. 2) в зависимости от температуры и времени спекания; при уменьшенном увеличении и низком разрешении светового микроскопа такой рельеф и создает характерные «зигзаги» и «крапчатость». «Шаровидное», теперь можно назвать глобулярное, строение составляющих поверхность супертвердых частиц с «рельефом «зигзаг», «крапчатая», «зигзаг, крапчатая» полученных нами образцов композита С–Fe находится в согласии с моделью глобулярной структуры стеклоуглерода [2].

Элементный микрорентгеноспектральный анализ показал, что супертвердые частицы полученного композита С–Fe состоят из С, фаза-основа состоит из С с включениями Fe от 1,8 до 7–10 мас. % при анализе по площади. При этом определено, что в центре больших супертвердых частиц располагаются частицы Fe, т. е., возможно, добавка 10% Fe явилась катализатором этого процесса.

Вид изломов серой фазы-основы в световом и сканирующем электронном микроскопе характерен для аморфных материалов [3].

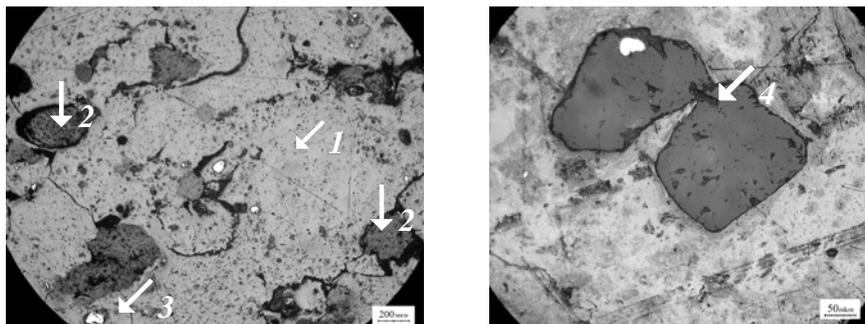


Рис. 1. Микроструктура образца Эфс-17 из шихты на основе экстрагированной фуллереновой сажи, $P = 4$ ГПа, $T_{\text{сп}} = 1200^{\circ}\text{C}$, время спекания – 43 с
(по стрелке $\swarrow 1$ – связующая серая «фаза-основа»;
по стрелке $\downarrow 2$ – включения супертвердых частиц рельефа «зигзаг» и «крапчатый»,
по стрелке $\swarrow 3$ – частицы на основе Fe;
по стрелке $\swarrow 4$ – «гладкая темно-серая фаза» с огранкой или округлая)

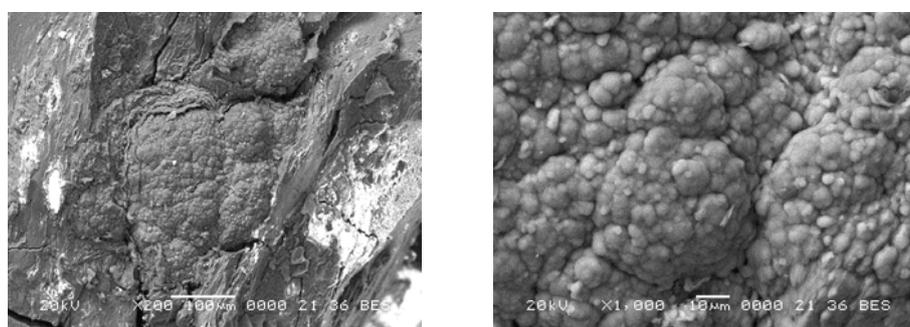


Рис. 2. Фрактограмма частицы серой фазы с рельефом «зигзаг, крапчатая» в сканирующем электронном микроскопе с излома образца Эфс-17 из шихты на основе экстрагированной фуллереновой сажи с добавкой 10 мас. % Fe $P = 4$ ГПа, $T_{\text{сп}} = 1200^{\circ}\text{C}$, время спекания – 43 с

Таким образом, в дополнение к отсутствию зеренной структуры вид поверхности излома серой фазы-основы является еще одним из аргументов в пользу подтверждения ее аморфного состояния. Однако для окончательного вывода изучение необходимо дополнить проведением исследования методом просвечивающей электронной микроскопии и электронографии.

Анализ и расчет дифрактограмм спеченных образцов свидетельствуют в пользу того, что полученный композит является аморфно-нанокристаллическим углеродным материалом с различной степенью дисперсности кристаллитов и аморфной составляющей (1,3–14,5 нм).

Полученные результаты по состоянию наноконпозиционного материала на основе С–Fe из недорогой, несодержащей фуллеренов экстрагированной фуллереновой сажи согласуются с данными авторов [4].

Заключение. Таким образом, полученный нами наноконпозиционный материал на основе С–Fe из недорогой, не содержащей фуллеренов, нанодисперсной экстрагированной фуллереновой сажи с добавлением 10% Fe, на ~90% является одной сплошной углеродной фазой с нанокристаллитами различной степени дисперсности и морфологии и аморфной составляю-

щей. Микротвердость включений супертвердых частиц близка к твердости алмаза.

Литература

1. Структура и свойства наноконпозиита на основе железа и нанодисперсного углерода / Г. П. Окатова [и др.] // Химия и химическая технология. Разд. Химическая технология. – 2010. – Т. 53, вып. 10. – С. 90–100.
2. Беленков, Е. А. Гибридные наноалмазы и родственные углеродные материалы. Компьютерное материаловедение / Е. А. Беленков, В. В. Ивановская, А. Л. Ивановский. – Екатеринбург: УрО РАН, 2008. – 165 с.
3. Разрушение. Т. 7: Разрушение неметаллов и композитных материалов. Ч. I: Неорганические материалы (стекла, горные породы, композиты, керамики, лед) / пер. с англ.; под ред. Ю. Н. Работнова. – М.: МИР, 1976. – 634 с.
4. Структура и свойства сверхупругих и твердых углеродных частиц, армирующих износостойкие композиционные материалы, полученные из смеси порошков железа и фуллеренов под давлением / О. П. Черногорова [и др.] // Российские нанотехнологии. – 2008. – Т. 3, № 5–6. – С. 150–157.

Поступила 21.02.2013